



AUSGEGEBEN AM
27. NOVEMBER 1934

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 606 083

KLASSE 12₀ GRUPPE 23₀₂

120 I 1131. 30

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 8. November 1934

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M. *)

Verfahren zur Darstellung von Schwefelsäureestern von Alkoholen der aliphatischen Reihe

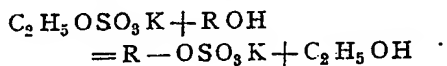
Zusatz zum Patent 557 428

Patentiert im Deutschen Reiche vom 25. Dezember 1930 ab

Das Hauptpatent hat angefangen am 20. Dezember 1930.

Nach dem Verfahren des Patents 557 428 stellt man Schwefelsäureester von Alkoholen dar, indem man diese mit Salzen der Imidodisulfonsäure erhitzt.

5 Weiter wurde gefunden, daß man durch Erwärmen von Alkoholen mit den Salzen der sauren Schwefelsäureester niedrigerer Alkohole ebenfalls in glatter Reaktion zu dem Schwefelsäureester des Ausgangsalkohols gelangt. Der z. B. nach der Reaktionsgleichung



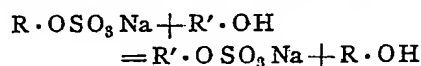
15 entstehende niedere Alkohol wird am besten durch Destillation entfernt.

Das Verfahren unterscheidet sich somit grundsätzlich von der bekannten Einführung von Alkylresten in andere Körper mit Hilfe von Alkylschwefelsäure, wobei Schwefelsäure oder deren Salze in Freiheit gesetzt werden, denn hier wird umgekehrt der Schwefelsäure-
20 rest unter Austritt von Alkohol eingeführt.

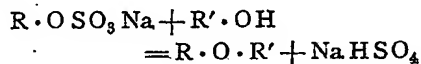
Die Reaktion setzt schon bei mäßiger
25 Temperatur ein, doch arbeitet man besser bei Temperaturen von 100° und darüber. Katalysatoren, wie z. B. Seife, begünstigen einen raschen Ablauf der Reaktion.

Das Verfahren ist in gleicher Weise auf primäre, sekundäre und tertiäre Alkohole 30 anwendbar.

Es ist zwar schon bekanntgeworden, den Glycerinrest von Estern höherer Fettsäuren durch den Rest eines primären Alkohols zu ersetzen, doch handelt es sich dabei um die 35 Umesterung eines organischen Esters. Hieraus war keineswegs der Schluß zu ziehen, daß es möglich sei, an Salzen saurer Schwefelsäureester eine Umsetzung



durchzuführen. Vielmehr war zu erwarten, daß die alkylschwefelsauren Salze mit den Oxyverbindungen unter Bildung von Alkyl- 45 äthern



reagieren würden, wie es bekanntlich in 50 wässrigem Medium der Fall ist.

Beispiel 1

24 Teile Cetylalkohol werden geschmolzen und unter Rühren mit 20 Teilen äthyl- 55 schwefelsaurem Kalium versetzt. Unter Rüh-

*) Von dem Patentsucher sind als die Erfinder angegeben worden:

Dr. Karl Brodersen und Dr. Matthias Quaedvlieg in Dessau.

ren wird dann langsam auf 120 bis 150° erwärmt und bei dieser Temperatur bis zum Aufhören der Alkoholdestillation gehalten. Es hinterbleibt cetylschwefelsaures Kalium.

5

Beispiel 2

40 Teile eines durch Oxydation von Paraffin erhältlichen Gemisches von primären, sekundären und tertiären Alkoholen von mittlerem Molekulargewicht 195 werden mit einer Spur einer Natronseife und 40 Teilen äthylschwefelsaurem Kalium gemäß Beispiel 1 behandelt. Es entsteht das Kaliumsalz des entsprechenden Schwefelsäureesters.

15

Beispiel 3

40 Teile Oleylalkohol werden mit 30 Teilen äthylschwefelsaurem Kalium unter gutem Rühren schnell auf 160° erhitzt, bis die

unter lebhaftem Aufschäumen eintretende Alkoholabspaltung beendet ist. Gegebenenfalls wird das zurückbleibende weiße Pulver von beigemengten Spuren unsulfonierten Alkohols durch Extraktion, z. B. mit Äther, befreit. Die Ausbeute beträgt etwa 65 Teile oleylschwefelsaures Kalium.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung von Schwefelsäureestern von Alkoholen der aliphatischen Reihe, dadurch gekennzeichnet, daß man in Abänderung des Verfahrens gemäß Patent 557 428 Alkohole mit Salzen der sauren Schwefelsäureester solcher Alkohole behandelt, die niedriger molekular sind als die zu veresternden Alkohole.